

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## ⑫ 公開特許公報(A) 昭61-91091

⑤ Int.Cl.<sup>4</sup> 識別記号 庁内整理番号 ⑬ 公開 昭和61年(1986)5月9日  
C 30 B 1/02 6542-4G  
29/24 6542-4G  
// H 01 F 1/34 7354-5E 審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑭ 発明の名称 フェライト単結晶の製造法

⑯ 特 願 昭59-211500

⑰ 出 願 昭59(1984)10月11日

⑱ 発 明 者 伊 佐 次 秀 敏 岐阜県可児郡御嵩町顔戸504番地

⑲ 出 願 人 日本碍子株式会社 名古屋市瑞穂区須田町2番56号

⑳ 代 理 人 弁理士 杉村 暁秀 外1名

## 明 細 書

1. 発明の名称 フェライト単結晶の製造法

2. 特許請求の範囲

1. 多結晶フェライトと単結晶フェライトとを接触加熱し、単結晶フェライトを多結晶フェライト方向に結晶成長させて単結晶フェライトを育成するフェライト単結晶の製造法において、

$\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MnO}$ 、 $\text{ZnO}$ 等よりなる多結晶フェライト形成混合物を仮焼すると共に、仮焼後の微粉碎工程において平均粒子径を1.0～2.0 $\mu\text{m}$ に調整した後、成形焼成して得た多結晶体フェライトを使用することを特徴とするフェライト単結晶の製造法。

2. 仮焼後のフェライト粉末中の硫黄含有量が40ppm以下であることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のフェライト単結晶の製造法。

3. フェライト原料としてマグネタイト( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )を酸歴しかつ残留硫黄含有量が

が1.5%以下の $\text{Fe}_2\text{O}_3$ を使用することを特徴とする特許請求の範囲第1項記載のフェライト単結晶の製造法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、多結晶フェライトと単結晶フェライトとを接触加熱し、単結晶フェライトを多結晶フェライト方向に結晶成長させて単結晶フェライトを育成するフェライト単結晶の製造法であり、さらに詳しくは単結晶中の含有気孔の少ないフェライト単結晶の製造法に関するものである。

(従来の技術)

従来、単結晶フェライトの製造法としては、原料を溶融点以上の高温で溶融した液相より単結晶を育成するブリッチマン法が知られている。しかしながら、ブリッチマン法では大型の製造装置を必要とし、生産性に乏しく、従って得られる単結晶フェライト製品が高価となる欠点があった。

上述した欠点を解消するために、本願人は特開昭56-155100号公報において、多結晶フ

エライトと単結晶フェライトとを接触させ、加熱することにより単結晶フェライトを多結晶フェライト方向に結晶成長させて単結晶フェライトを育成する単結晶フェライトの製造に際し、特に多結晶フェライトとしてスピネル構造を有する酸化鉄および／又はスピネル構造の腹腿を有する酸化鉄を $\text{Fe}_2\text{O}_3$ に換算して60重量%以上含有する酸化鉄を使用して製造した多結晶フェライトを用い、さらに多結晶フェライトの不連続な結晶粒子成長の起る温度未満の温度に加熱する単結晶フェライトの製造法を開示している。

(発明が解決しようとする問題点)

上述した単結晶フェライトの製造法においては、確かに安価かつ大量に単結晶製品が得られるが、単結晶フェライト中に、 $5\sim 10\mu\text{m}$ という大きな気孔が残留することがあり、気孔の大きい部分はVTR磁気ヘッドには使用できないと共に収率が極めて低い欠点があった。

本発明の目的は、上述した欠点を解消し、フェライト単結晶中に発生する比較的大きな $5\mu\text{m}$ 以

下の平均粒子径は $1.0\sim 2.0\mu\text{m}$ 、好ましくは $1.2\sim 1.8\mu\text{m}$ に調整すると共に、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 中に含まれるS残留含有量を洗浄や焼成条件等を調整することにより、1.5%以下とし、フェライト粉末中の硫黄残留含有量を40ppm以下とする。上述したように調整したフェライト微粉砕物を成形後焼成し、多結晶フェライト成形体を得る。次に、多結晶フェライト成形体と予じめ準備した種単結晶フェライトの接合面を鏡面研磨した後、これら接合面間に好ましくは $\text{HNO}_3$ を介在させて接合し、加熱する。この加熱は、多結晶フェライトの不連続な結晶粒子成長の起る温度未満で行なう。これにより、接合面より単結晶フェライトが多結晶フェライト方向に結晶成長して多結晶フェライトを単結晶化し、単結晶フェライトを得ている。

本発明は、比較的大きな気孔の発生原因が、フェライト粉末の粒子径と密接な関連があり、さらに原料フェライト粉末中に含有されるSまたはS化合物にも関連があることを見い出してなされた

上の気孔の出現を抑制し、製品収率を良好にすると共に安価にフェライト単結晶を得ることができ製造法を提供しようとするものである。

(問題点を解決するための手段)

本発明のフェライト単結晶の製造法は、多結晶フェライトと単結晶フェライトとを接触加熱し、単結晶フェライトを多結晶フェライト方向に結晶成長させて単結晶フェライトを育成するフェライト単結晶の製造法において、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 、 $\text{MnO}$ 、 $\text{ZnO}$ 等よりなる多結晶フェライト形成混合物を仮焼すると共に、仮焼後の多結晶フェライト微粉砕物の平均粒子径を $1.0\sim 2.0\mu\text{m}$ に調整した後、成形焼成して得た多結晶フェライトを使用することを特徴とするものである。

(作 用)

第1図は本発明の製造法を説明するためのフローチャートである。マグネタイト( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ )を腹腿したSの含有量が1.5%以下の $\text{Fe}_2\text{O}_3$ と $\text{MnO}$ 、 $\text{ZnO}$ 等を所定の割合に混合し、この混合物を仮焼後湿式微粉砕する。得られたフェラ

ものである。すなわち、第2図にフェライト粉末中の平均粒子径およびS含有量とフェライト単結晶中の $5\mu\text{m}$ 以上の気孔数の関係を示すように、平均粒子径が大になるほど $5\mu\text{m}$ 以上の大気孔は減少するが、 $1.8\mu\text{m}$ 以上では成形における充填不良に起因する気孔が逆に増大すること、またフェライト粉末中のS量と大気孔の数は正相関を示すことがわかった。以上のことにより経済的効果も考慮して、平均粒子径を $1.0\sim 2.0\mu\text{m}$ に限定し、さらにフェライト粉末中のSまたはS化合物の含有量をSとして40ppm以下に限定した。また、フェライト粉末中のSまたはS化合物の含有量は、原料に不純物として含有されるS化合物に左右されるため、フェライト粉末中のS量を40ppm以下にすることができるとして、原料として使用する $\text{Fe}_2\text{O}_3$ 中の残留S含有量を1.5%以下と限定した。なお、上述した数値限定範囲外では、 $5\mu\text{m}$ 以上の大気孔を皆無とすることは困難であった。

## (実施例)

湿式法で製造され不純物として硫黄 0.9%を含有した酸化鉄 ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$  98.5%) を温湯で洗浄し、硫黄含有量の異なる3種類 (0.3%, 0.5%, 0.9%) の酸化鉄、純度99.9%の酸化マンガン及び純度99.9%の酸化亜鉛を原料とし、その組成が  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  52.5モル%,  $\text{MnO}$  28モル%,  $\text{ZnO}$  19.5モル%となるように混合した調合物を仮焼し、硫黄含有量の異なる3種類の仮焼物を得た。

これら3種類の仮焼物を粗砕後、各々さらに三等分し、5 $\phi$ のボールミルで10H, 15H, 20Hの微粉碎をして、計九種類のフェライト粉末を作成し、成形ののち、平衡酸素分圧下で1320℃で4時間の焼結をして9種類の母多結晶フェライトを得た。

一方、これら3種類の多結晶フェライトとほぼ同一の組成を有する高圧ブリッチマン法で製造された単結晶フェライトを用意した。これら母多結晶フェライトと単結晶フェライトをそれぞれ10×

30×5mmと10×30×0.5mmのブロックに切り出し、その接合面をダイヤモンド砥粒で鏡面研磨したのち、6Nの $\text{HNO}_3$ を塗布し、密着、乾燥させて接合した。接合した母多結晶フェライトと単結晶フェライトを調整雰囲気下、1340℃で3時間加熱し、単結晶フェライトを多結晶フェライト方向へ結晶成長させ、単結晶フェライトを得た。

本発明の目的とする5 $\mu$ m以上の気孔の数を調査するため、得られた単結晶フェライトから5×10×5mmの小片を切り出しその一面をダイヤモンド砥粒で鏡面研磨したのち、光学顕微鏡を使用し倍率1000倍で1mmの範囲内に存在する5 $\mu$ m以上の気孔を目視で数えて観察した。その結果は第1表に示す通りである。なお、平均粒子径は公知の空気透過法によって測定した結果である。

## (発明の効果)

以上詳細に説明したところから明らかなように、本発明のフェライト単結晶の製造法によれば、フェライト微粉碎物の平均粒子径を1.0~2.0 $\mu$ mの範囲に微粉碎すること、および好ましくは微粉碎物中のS含有量を40ppm以下に調整することにより、5 $\mu$ m以上の大きな気孔の皆無な品質のよい単結晶フェライトを収率よく得ることができる。さらに、従来必要であった気孔数の検査等を省略することができるため、工程数の減少、工程期間の短縮が可能となる。

本発明によれば、品質のよい $\text{Fe}_2\text{O}_3$ - $\text{MnO}$ - $\text{ZnO}$ 系の単結晶フェライトが得られるので、VTR用磁気ヘッドに使用できると共にノイズの少ない単結晶フェライトが得られるので、各種磁気ヘッドに有効に使用できる。

## 4. 図面の簡単な説明

第1図は、本発明の製造法を説明するためのフローチャート、

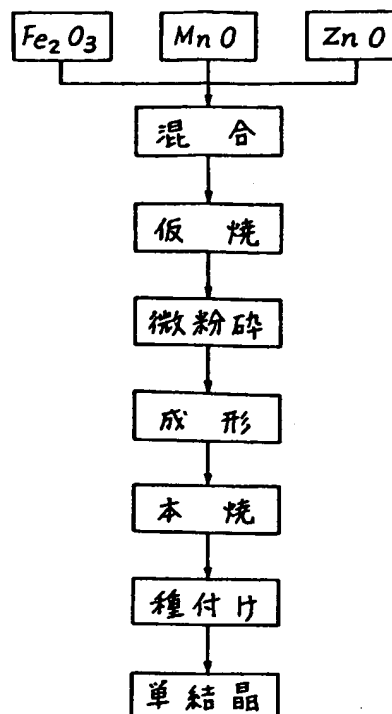
第2図は、フェライト粉末中の平均粒子径およ

表 1

順 号	フェライト粉末の製造条件		フェライト粉末特性		単結晶フェライト中の 5 $\mu$ e 以上の気孔 (個/mm <sup>2</sup> )	評 価
	使用したFe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 中 のS含有量 (%)	仮焼物粉砕 時間 (hour)	S含有量 (ppm)	平均粒子 径 ( $\mu$ e)		
1	0.9	10	85	1.8	3	x
2	0.9	15	85	1.6	3	x
3	0.9	20	85	1.4	4	x
4	0.5	10	40	1.8	1	$\Delta$
5	0.5	15	40	1.6	0	$\bigcirc$
6	0.5	20	40	1.4	0	$\bigcirc$
7	0.3	10	20	1.8	1	$\Delta$
8	0.3	15	20	1.6	0	$\bigcirc$
9	0.3	20	20	1.4	0	$\bigcirc$

びS含有量とフェライト単結晶中の $5\mu\text{m}$ 以上の  
気孔数の関係を示すグラフである。

第1図



特許出願人 日本碍子株式会社

代理人弁理士 杉村 暁 秀



同 弁理士 杉村 興 作



第2図

